

# СТРУКТУРА И СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА, ПОДВЕРГНУТЫХ КРУЧЕНИЮ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ

**Макаров В.В.<sup>1</sup>, Куранова Н.Н.<sup>1</sup> Лукьянов А.В.<sup>2</sup>**

*Руководитель - профессор, д.ф.-м.н. Пушкин В.Г.*

<sup>1</sup>Институт физики металлов УрО РАН, г. Екатеринбург,

<sup>2</sup>Уфимский государственный авиационный технический университет,

г. Уфа

makarov@imp.uran.ru

Сплавы на основе никелида титана относятся к особому классу функциональных материалов, в которых механические свойства и эффекты памяти формы (ЭПФ), обусловленные термоупругими мартенситными превращениями (МП), сочетаются с наилучшими другими физико-механическими и эксплуатационными свойствами [1]. В работе выполнены комплексные исследования высокочистого по примесям сплава  $Ti_{49,4}Ni_{50,6}$ . При комнатной температуре (RT) закаленный сплав имеет структуру В2-аустенита с размером зерен от 30 до 60 мкм и содержит небольшое ( $0.50 \pm 0.08$  масс.%) количество глобулярных дисперсных частиц  $Ti(C, N)$  и  $Ti_4Ni_2O_x$ . Сплав был подвергнут интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) под высоким давлением (6 ГПа) и образцы были получены в форме дисков диаметром 20 мм и толщиной от 1.0 до 0.7 мм в зависимости от числа оборотов (от 1 до 7) [2].

Микроструктуру образцов после ИПДК исследовали методами просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, рентгенодифракционного анализа.

Исследования показали, что сплав при приложении давления 6 ГПа испытывает МП  $B2 \rightarrow B19'$ . Механически индуцированный  $B19'$ -мартенсит сохраняется в сплаве после снятия нагрузки, и, следовательно, его температуры обратного  $B19' \rightarrow B2$  превращения при нагреве превышают RT. Мартенсит имеет пакетную морфологию пластинчатых двойникованных кристаллов.

ИПДК на 1 оборот в центральной и краевой частях образца приводит к сильно измельченной высокодефектной анизотропной полосовой субструктуре. Уже в этом случае в результате обратного  $B19' \rightarrow B2$  превращения после ИПДК присутствует большое количество В2-фазы аустенита. При увеличении числа оборотов до 5 в образцах формируется аморфно-нанокристаллическая (НК) структура со значительной долей аморфной фазы. Реже встречающиеся полосы областей с повышенной долей кристаллической составляющей чередуются с полосовыми областями, состоящими из аморфной фазы. Возможно, образование таких аморфных полос связано с локализацией интенсивной деформации в полосах сдвига [3]. Средний размер ( $d_{cp}$ ) В2-зерен, определенный в центральной и краевой частях, составляет 50 и 30 нм, соответственно.

При дальнейшем изменении структуры образцов после ИПДК на 7 оборотов (рис. 1 а, б) в краевой части образца формируется уже практически аморфное состояние со случайным распределением изолированных нанозерен В2-фазы размером 20 нм. При этом наблюдаются протяженные области, полностью состоящие из аморфной фазы.

Последующий изотермический часовой отжиг при 200, 300, 400, 450, 500 и 550°C показал, что происходит тотальное расстекловывание (нанокристаллизация) аморфизированного в результате ИПДК сплава. Структурные отражения на рентгенограмме по мере увеличения температуры отжига постепенно "визуализируются". Наряду с отражениями В2-аустенита на рентгенограммах присутствует несколько существенно более слабых пиков, интерпретируемых как отражения других фаз (карбидов  $TiC(N)$  и интерметаллидов  $Ti_4Ni_2O_x$ , следов мартенситных фаз R и B19').

По данным просвечивающей электронной микроскопии отжиг образцов после ИПДК на 3 оборота при температуре 200°C, 1 ч приводит в основном к процессам структурной релаксации в исходной сформировавшейся в процессе деформации структуре В2-аустенита и завершению обратного МП  $B19' \rightarrow B2$  в возможно сохранившихся в небольшом количестве нанокристаллах В19'-фазы. Изолированные нанозерна В2-фазы имеют  $d_{cp}=30-40$  нм. Кристаллизация аморфной фазы завершается после отжига при 300°C, так как диффузное гало на электронограммах уже не визуализируется. При этом происходит уменьшение  $d_{cp}$  наблюдаемых по светло- и темнопольным изображениям элементов структуры (в краевой части от 40 до 20 нм). Дальнейшее увеличение температуры отжига до 400°C и 500°C, естественно, приводит к укрупнению сформировавшейся НК-структуры атомноупорядоченного В2-аустенита ( $d_{cp}$  в краевой части образцов 50 и 100 нм, соответственно).

В образцах после ИПДК на 7 оборотов даже после отжига 300°C, 1 час, аморфная фаза еще сохраняется и особенно в краевых частях образцов, в которых в аморфной матрице присутствуют изолированные отдельные нанокристаллиты В2-фазы, при этом  $d_{cp}$  (10-20 нм) становится несколько меньше, чем размер нанозерен в исходном аморфизированном состоянии непосредственно после ИПДК в аналогичной области наблюдений. Отжиг при температуре 400°C приводит к полной нанокристаллизации образца и формированию НК-структуры В2-аустенита с  $d_{cp}$  в краевой части около 30 нм (рис. 1 в, г). Анализ изображений показывает, что имеется значительная доля зерен порядка 10 нм. В отдельных областях нанозерна имеют размеры более 60 нм, но их доля весьма незначительна. Отжиг при 500°C приводит к большему снижению уровня внутренних напряжений и, как результат, все точечные В2-рефлексы на кольцах электронограмм становятся более "острыми". В краевой

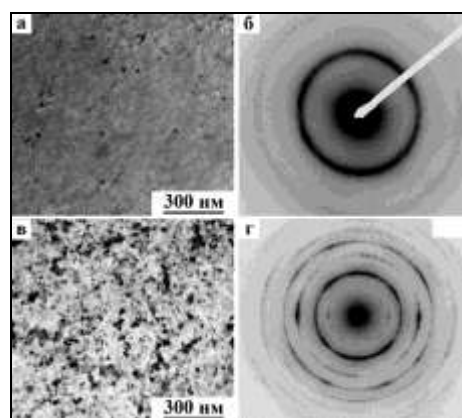


Рис. 1. Светлопольные изображения и микродифракции сплава  $Ti_{49,4}Ni_{50,6}$  после ИПДК на 7 оборотов (а, б) и отжига при 400°C (в, г)

части  $d_{\text{ср}}=40$  нм. После отжига при 400 и 500°C на электронограммах присутствуют следы фаз R, B19' и X-Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub> в виде редких отдельных рефлексов, особенно для образцов из центра. После данной обработки формируется достаточно однородная НК-структура.

Отметим, что при увеличении температуры отжига до 550°C происходит более интенсивный рост зерен до  $d_{\text{ср}}$  500-600 нм, причем ряд зерен достигает размеров в 1 мкм и более. Сплав Ti<sub>49,4</sub>Ni<sub>50,6</sub> по своему химическому составу относится к классу стареющих [1], и в процессе низкотемпературных отжигов, а тем более при расстекловывании, в нем образуются когерентные частицы β' и X-фаз (типа Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub>), в том числе по границам зерен. Очевидно, что преимущественное присутствие частиц, обогащенных никелем, на границах и субграницах зерен будет сдерживать рост последних при низкотемпературных отжигах (примерно до 500°C). Если при более высокой температуре отжига 550°C данные частицы начнут коагулировать и частично растворяться, то они перестанут оказывать блокирующее действие на рост зерен, что и приведет к увеличению их размера.

Выполненные механические испытания в исходном, аморфизированном (ИПДК n=5) и в НК-состоянии показали, что сплав обладает аномально высокими значениями обратимой деформации фазовой псевдотекучести ε (до 10% в НК-состоянии), при пластичности (δ=16 и 23 %) сплав имеет высокие пределы прочности и текучести (2100 МПа и 1800 МПа, соответственно после отжига при 400°C).

Работа выполнена при частичной поддержке грантами РФФИ №07-03-96062, 08-02-00844, молодежного гранта УрО РАН 2009 г.

#### Литература

- [1]. Сплавы никелида титана с памятью формы. Ч. I. Структура, фазовые превращения и свойства, под ред. В.Г. Пушина, Екатеринбург: УрО РАН, 2006.
- [2]. А.В. Шарафутдинов, В.А. Шундалов, В.В. Латыш, Р.З. Валиев, И.Н. Михайлов, ФТВД. 12 (2002) 76-80.
- [3]. Е.В. Татьянин, Н.Ф. Боровиков, В.Г. Курдюмов, В.Л. Инденбом, ФТТ. 39 (1997).